



特許願

(2,000円)

特許長官 三宅幸夫 殿

1. 発明の名称 ゴム入りワックスの製造方法

2. 発明者

住所 神奈川県横浜市神奈川区大口通103の2
氏名 西川弘 (他1名)

3. 特許出願人

住所 東京都港区西新橋1丁目3番12号
名称 (444) 日本石油株式会社
代表者 鹿口丈夫

4. 代理人 甲104

住所 東京都中央区銀座1丁目9番10号
大日本図書ビル 電話 (567) 5779
氏名 (7222) 弁理士 朝倉正幸

5. 添付書類目録

- (1) 男細書
- (2) 附圖
- (3) 附審副本
- (4) 委任状



方
式

審
査

主
題

主
題

明細書

1. 発明の名称

ゴム入りワックスの製造方法

2. 特許請求の範囲

ワックス類にゴムまたはゴム成分50wt%以上のゴム・ワックスマスターべンチを加え、80°C ~ 300°Cの温度で、攪拌羽根の最大外周速度10 ~ 100 rpm、溶解操作時にかける最大の実質攪拌消費動力30 ~ 800 kp/t・製品で混合攪拌しゴム分3 ~ 50wt%のゴム入りワックスを製造する方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明はゴムとワックス類を混合溶解して得られるゴムワックスの新規な製造方法に関するものである。さらに詳しくは、ワックス類にゴムまたはゴム成分が50%以上のゴム・ワックスマスターべンチを加えて所定の温度、攪拌羽根外周速度、攪拌動力で混合攪拌することを特徴とするゴム入りワックスの製造方法に関するものである。

ゴム成分とワックス類が均一に溶解混合されたゴム入りワックスはワックス類の彈性的性質の増

19 日本国特許庁

公開特許公報

⑪特開昭 50-7802

⑬公開日 昭50.(1975) 1.27

⑫特願昭 48-58079

⑭出願日 昭48.(1973)5.23

審査請求 未請求 (全5頁)

庁内整理番号

52日本分類

7011 46

18 E3

6023 48

25(1)B3

7404 4A

13(9)E1

加、耐水性、摩耗性の改良等の点において従来のワックス類単独使用の場合よりもすぐれた性質を有するものであることがわかり、例えば紙類、布類の防水材として好適であることがわかつた。しかしこのゴムワックスの製造は、ワックス類とゴムの相溶性の点から容易なものでなく、従来もこれといつたすぐれた製造法は見当らない。

そこで、本発明者らはゴムワックスの製造法の予備研究を行なつた。まず、1Lビーカー中に180°マイクロワックス600gを入れ、加熱によりこのマイクロワックスを180°C位の液体にし、そこへブチルゴムのシートを1個が約1タ位の大きさに切つたものを20個加え羽根40mmの攪拌翼を約400 rpmで回転させる通常の混合攪拌したところ、一向に溶解する気配はみられなかつた。そこで、ブチルゴム/180°マイクロワックスを80/20(重量比)になるようロールで混ぜしたものをお1個が約1タ位のサイコロ状にして、180°Cに加热した180°マイクロワックスに同様な方法でビーカー中に加え、この温度で約6時間同様に攪拌し

たが溶解は困難であつた。そして、この様な操作を行なうことにより、マイクロワックスの色相は加熱時間とともに悪化する現象がみられ、これらの経験からゴムワックスを作る溶解時間は短くしなければならないことが製品管理の面からも判明した。

以上の予備実験から明らかかなように、溶融ワックス中にゴム小片を添加し、通常に混合搅拌してもゴムは全く溶解せず、またゴム成分の多いゴム・ワックスマスター・パッチ小片を同様に添加搅拌しても溶解はきわめて困難である。

また、ワックス成分が多いゴム・ワックスマスター・パッチを用いれば通常の混合搅拌によりある程度は溶解するが、例えばゴム成分が50wt%以上のゴム・ワックスマスター・パッチを用いた場合はマスター・パッチの粒径を小さくして表面積/重量を大きくせねばならず、溶解時間も長くなり、前記したような劣化が起こるのみならず、ゴム成分が少ない(ワックス成分の多い)たとえばゴム成分が50wt%よりも少ないゴム・ワックスマスター

パッチを得るためににはその製造経費が多くかかり、更にはワックス成分が多くなるとベンバリーミキサーなどでのマスター・パッチ製造はミキサーからのマスター・パッチの抜出しの点において不可能となる。

そこで本発明者らは数多くの実験を行なつた結果次の結論に達した。すなわち、搅拌式溶解槽の中で固形ゴム又はゴム・ワックスマスター・パッチをワックス類に短時間で溶解させるためには、いかゆる通常用いられている混合を主体に設計された搅拌槽では明らかに限界があり、各種の溶解実験結果より、単なる混合搅拌ではなく、むしろ溶解槽に投入するゴム分をワックス類の存在する溶解槽の中で剪断粉碎されたゴム分が同時にワックス類に溶解することにより初めて可能となることを見出した。

この方法によれば、ゴム単身とかワックス成分の含有量がかなり低いゴム・ワックスマスター・パッチを、短時間でワックス類に溶解せしめ、また^{この溶解}高ゴム濃度のゴム入りワックスを短時間で製造で

きることがわかつた。そして、数多くの実験データから、このような「剪断粉碎溶解」という溶解方式を効果的に行なうためには、溶解槽の搅拌羽根外周の周速度と実質的に使用される搅拌所要動力が所定量以上必要であることがわかり、本願発明を完成するに至つた。

本願発明はワックス類にゴムまたはゴム成分50wt%以上のゴム・ワックスマスター・パッチを加え、80℃-350℃の範囲で、搅拌羽根の最大外周速度10-100r/sec、溶解操作時における最大の実質搅拌消費動力50-800kW/t、製品で、混合搅拌することを特徴とするゴム成分が3-30wt%のゴム入りワックスの製造方法に関するものである。

ここで言う「ワックス類」とは、石油ワックス、合成ワックス、天然ワックスを指し、融点100°F-200°Fの範囲にある結晶性、微結晶性を有するものである。石油ワックスとは例えばパラフィンワックス、モーターオイルワックス、マイクロワックスなどであり、原油の精製工程で得られる例えば減圧蒸留における蒸留残あるいは、重質潤

滑油留分と残さの混合物などを脱ろう工程にかけて得られるものである。本発明においては、これら石油類からの精製ワックスを得る中間製品であるところの油分を、たとえば5-10wt%またはそれ以下含む含油ワックス類(たとえばスラフワックス)等も有効に使用できる。また合成ワックスとは俗にポリオレフィンワックスともいわれ、平均分子量500-10,000のもので、エチレン、プロピレンより直接重合して製造する方法、高分子量ポリオレフィン類の熱分解により低分子量化して製造する方法、ポリエチレンを製造する際に生成する低分子量ポリエチレンを利用する方法などにより得られるものである。天然ワックスは天然に得られるもので、みつろう、カルナバーウックスなどである。

また本願発明で言うゴムは天然ゴムまたは合成ゴムであり、合成ゴムには例えばSBR、ポリブタジエン、アルフィングム、ポリイソブレンゴム、EPゴム、SISゴム、ポリイソブチレン、ブチルゴムなどのゴム状物質である。ここで言うゴムには

通常ゴムに含有される劣化防止剤、その他の充填物が含まれていても良く、またゴムを溶解、膨潤させる各種油類が含有されていても良い。

また本発明で言うゴム成分 50wt% 以上 のゴム・ワックススマスター・パックとは、前記ゴム成分を 50wt% 以上 含むゴムとワックス類とのマスター・パックで、通常パンパリー・ミキサーまたはロールミキサー等でゴムとワックス類を混合して容易に得ることができるゴムのマスター・パックである。

本発明は、これら成分を 80°C ~ 300°C 好ましくは 120°C ~ 220°C で所定条件で混合搅拌する。温度が 80°C 以下であると充分均一な製品が得られず、また 300°C 以上であると、原料成分が劣化する傾向を示し、また高価装置を要し不利である。

本発明においては、混合搅拌を搅拌羽根の最大外周速度 10 ~ 100 m/sec.、溶解操作時における最大の実質搅拌消費動力 30 ~ 800 kw/t・製品で行なう。ここで最大の実質搅拌消費動力とは、搅拌混合操作時における最大の搅拌消費動力から、その搅拌と同一搅拌条件で無負荷で運転を行なつた場合の消費

動力を差引いた値である。最大外周速度が 10m/sec より小であると、また搅拌消費動力が 30 kw/t・製品より小であると充分均一なゴム入りワックスは短時間で製造できない。また最大外周速度が 100 m/sec より大であると、また実質搅拌消費動力が 800 kw/t・製品より大であると、装置の装置が困難となると同時に発熱を防止することがむづかしくなり、経済的に不利である。

本発明の上記の搅拌は通常 2 枚またはそれ以上の搅拌翼を有する密封または一部開封型の搅拌混合器でパックまたは連続で行なうことができる。

本発明のゴム入りワックス製造方法においては、前記原料成分を混合搅拌器に送入して、前記条件で搅拌混合することにより造成される。

本発明により得られるゴム入りワックスの組成はゴム成分 3wt% ~ 30wt% のものであり、好ましくは 5 ~ 25wt% のものである。

本発明により好ましく得られたゴム成分 5 ~ 30wt% のゴム入りワックスは、搅拌温度条件下で通常液状であり、これはそのままで、またはさらに

加熱溶解状態のワックス類と単に混合するだけで、またはラインミキシングすることにより容易にゴム成分 1 ~ 5wt% のゴム入りワックスにすることができる。前記各種用途に有効に使用される。

次に実施例を記載し本願発明の方法をさらに具体的に説明する。

実施例

所定量のゴムとワックス類を表に示したように所定の条件で搅拌混合し、ゴム入りワックスを製造した。搅拌混合方法の手順は、まず(4)に示した寸法の溶解槽に(6)で示したワックス類を所定量入れ 120°C まで温度を上げる。次いで(9)で示した温度になるよう(4)で示したゴムの入れ方で所定量投入する。それぞれの仕込量は(6)で示した全仕込量よりあらかじめ計算しておく。ゴム分を入れたら、搅拌機をまわし(4)で示した搅拌羽根周速度まで回転を上げる。そして(6)で示した溶解温度を保ちながら(6)の溶解時間搅拌を続行したのち搅拌を停止した。

なお、表中(1)は実験番号、(4)は溶解槽の寸法と

容積、(2)は搅拌羽根の直徑、(3)は使用したゴムの種類、(5)はゴム成分の導入の方法、(6)は製品中のゴム成分濃度、(7)は使用したワックス類、(8)は溶解混合温度、(9)は全仕込量、(10)は搅拌羽根の外周の最大周速度、(11)は最大実質搅拌消費動力、(12)は製品 1 トン当たりの最大実質搅拌消費動力、(13)は搅拌混合の時間である。(14)は製品ゴムワックスの溶解状態を示す。溶解状態は製品ゴムワックス溶解物を約 20 メッシュ網で通過し残留ゴム成分の量により述べた。表中の(6)記載から明らかのように、本発明の方法によりきわめて有効にゴムワックスが製造できることがわかる。

また、本実験番号 1, 5 で得られたゴムワックスに約 150°C 溶解 180°C マイクロワックスを所定量加えて手動で搅拌機により混合することにより、ゴム成分濃度約 5% のゴムワックスを容易に得ることができた。

なお、表中の(1)は下記のとおり。

(1) ゴム : 180°C マイクロワックス = 80 : 20

(重量比) のゴム・ワックススマスター・パ

試験番号	試験温度	重油 投料 量(g)	内燃 機 油 量(g)	容積 の割 合	ゴム の量(g)	充 分 度	試験 結果
比試例1	230	220	9	220	ブチルゴム	20	(往1)
1	180	180	9	180	ブチルゴム	20	(往2)
2	180	180	9	180	ブチルゴム	20	・
3	180	180	9	180	ブチルゴム	20	・
比試例2	180	180	9	180	ブチルゴム	20	(往3)
4	180	180	9	180	ブチルゴム	20	(往4)
5	180	180	9	180	EPDM	20	・
6	180	180	9	180	三井-BPT-1045	20	・
7	180	180	9	180	JBR-1500	20	・

試験番号	試験温度	重油 投料 量(g)	内燃 機 油 量(g)	容積 の割 合	ゴム の量(g)	充 分 度	試験 結果
比試例1	日本石油 135 [°] パラフィン	185	4	185	0.1	25	480 不良
1	日本石油 180 [°] パラフィン	200	4	200	1.6	400	40 完全燃焼
2	日本石油 145 [°] パラフィン	185	4	185	0.4	100	180
3	日本石油 135 [°] パラフィン	185	4	185	2.2	560	30
比試例2	日本石油 160 [°] パラフィン	180	5	180	0.1	20	720 不燃焼
4	日本石油 160 [°] パラフィン	180	5	180	0.1	300	60
5	日本石油 160 [°] パラフィン	180	5	180	1.6	320	60
6	日本石油 160 [°] パラフィン スラグワックス	180	4	180	1.5	300	300

特許 昭50-7802(4)

ゴムを1個当たり約5gの塊として投入。

(往2) (往1)と同じであるが、マスター・バッチの大きさを1個当たり約50gの塊で投入。

(往3) 生ゴムをそのまま使用。1個当たり約5gの塊として投入。

(往4) 生ゴムをそのまま使用。1個当たり約50gの塊として投入。

6. 前記以外の発明者

住 所 東京都世田谷区桜新町1-7-10

氏 名 林 誠之

著許出願人 日本石油株式会社

代理人弁理士 親倉 正幸

手 続 换 正 書

昭和48年9月3日

特許庁長官 斎藤英雄殿

1. 事件の表示 特願昭48-58079号

2. 発明(考案)の名称 ゴム入りワックスの製造方法

3. 换正をする者

事件との関係 特許出願人

名称 (444) 日本石油株式会社

4. 代理人 〒104

住所 東京都中央区銀座1丁目9番10号
大日本図書ビル 電話(567)5779

氏名 (7222)弁理士 朝倉正幸

5. 换正命令の日付 自発

6. 换正により増加する発明の数 変化せず

7. 换正の対象 明細書(発明の詳細な説明)

委任状

8. 换正の内容 別紙の通り

換正の内容

特願昭50-7802回

- 1) 明細書第2頁第17行「高張」を「高純」と補正する。
- 2) 同第5頁第9行「80℃~350℃」を「80℃~300℃」と補正する。
- 3) 同第12頁表切において使用ワックス類の表の
最下欄「日本石油マイクロスランタワックス」
を「日本石油ブライトワックス」と補正する。
- 4) 別紙の通り委任状を1通提出する。

THIS PAGE BLANK (USPTO)